96-196723/20 SHIE 94.08.30 A97 D25 (A26) A(8-R6A, 10-E19, 12-W12A) D(11-B11) SHINETSU CHEM IND CO LTD \*JP 08067896-A 94.08.30 94JP-205373 (96.03.12) C11D 1/66, B01D 19/04, C11D 3/12, 3/16 The compsns. contain 10-90 wt. % of a nonionic surfactants. They are Rinse assistant for laundry detergent compsns. - contains powder or granular. aminoalkyl-modified silicone oil(s) and inorganic silica and/or its deriv., and controls foaming in washing process **ADVANTAGE** C96-062264 The assistants and compsns. control foaming appropriately in the Addnl. Data: KAO CORP (KAOS ) washing process and defoam well in the rinsing process. Rinse assistants for laundry contain PREFERRED MATERIALS (a) an aminoalkyl-modified silicone oil(s) having an amine equivalent The silicone oils are of formula (1). at 25°C of 500-50,000 g/mol and a viscosity of 10-100,000 cSt;  $(R_1)_a(R_2)_b(R_3)_cSiO_{(4-a-b-c)/2}$ (1) (b) inorganic silica and/or its deriv. having a specific surface area, by the BET method, in an (b)/(a) wt.  $R_1 = -R_4 - (NR_5CH_2CH_2)_m - NR_6R_7;$ ratio of 0.01-0.5.  $R_4 = 1-4$  C divalent hydrocarbon; Pref. the blend ratio of polydimethylsiloxane is up to 0.1 to the  $R_5-R_7 = H$  or 1-18 C monovalent hydrocarbon; amt. of (a). m = 0-4; Also claimed are detergent compsns. for laundry based on a  $R_2 = 1-18$  C monovalent hydrocarbon; nonionic surfactant(s) and contg. the assistant. Pref. the blend wt. ratio  $R_3 = OH$  or alkoxy of formula  $-OR_8$ ; of the assistant is 0.001-0.2 w.r.t. the surfactant. The blend ratio of  $R_8 = H \text{ or } 1-6 \text{ C monovalent hydrocarbon};$ anionic surfactants is up to 20 wt. % w.r.t. the total amt. of surfactants. JP 08067896-A+ a = 0.0001-1: b = 1.8-2.2; c = 0-0.1; and a + b + c = 1.8-2.3. The nonionic surfactants comprise polyoxyethylene alkyl ethers having a 6-22 C, on ave., alkyl gp. and an ave. addn. mol number of ethylene oxide. (HW) (7pp031DwgNo.0/0)

## (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平8-67896

(43)公開日 平成8年(1996)3月12日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 1 1 D 1/66	識別記号 庁内整理番	号 FI	技術表示箇所
B 0 1 D 19/04	Α		
C 1 1 D 3/12		·	
3/16			
		審査請求	未請求 請求項の数9 OL (全 7 頁)
(21)出願番号	特願平6-205373	(71)出願人	000000918
			花王株式会社
(22)出顧日	平成6年(1994)8月30日		東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
		(71)出願人	000002060
			信越化学工業株式会社
			東京都千代田区大手町二丁目6番1号
		(72)発明者	田村 成
			和歌山県海南市椋木49-1
		(72)発明者	蓮見 基充
			和歌山県和歌山市金龍寺丁4-1
		(72)発明者	小栗須 宏
			和歌山県和歌山市西浜1450
		(74)代理人	弁理士 古谷 馨 (外3名)
			最終頁に続く

## (54) 【発明の名称】 衣料洗濯用すすぎ助剤及びそれを含有する洗剤組成物

## (57)【要約】

【構成】 (a) アミン当量が 500~50,000g/モル、25 ℃における粘度が10~100,000cStであるアミノアルキル変性シリコーンオイルと、(b) BET法による比表面積が 100m² /g以上である無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体を、(b) /(a) =0.01~0.5 (重量比)で含有する衣料洗濯用すすぎ助剤、及びこれを含有する非イオン性界面活性剤を主界面活性剤とする衣料用洗剤組成物。

【効果】 洗濯工程では泡の発生を適度に抑え、且つすすぎ工程で十分な消泡効果を発揮する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】(a) アミン当量が 500~50,000g/モル、 25℃における粘度が10~100,000cStであるアミノアルキ ル変性シリコーンオイル

(b) BET法による比表面積が 100m<sup>2</sup> /g以上である 無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体

上記の(a) 成分及び(b) 成分を含有し、(a) 成分のアミノアルキル変性シリコーンオイルに対する(b) 成分の無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体の比率が0.01~0.5 (重量比) である衣料洗濯用すすぎ助剤。

【請求項2】 ポリジメチルシロキサンの配合量が(a) 成分のアミノアルキル変性シリコーンオイルに対して配合比で 0.1以下である請求項1記載の衣料洗濯用すすぎ助剤。

【請求項3】 (a)成分のアミノアルキル変性シリコーンオイルが下記式(1)で示されるものである請求項1又は2記載の衣料洗濯用すすぎ助剤。

 $R^{1} {}_{a}R^{2} {}_{b}R^{3} {}_{c}SiO_{(4-a-b-c)/2}$  · · · (1)

[ただし、式中R<sup>1</sup> は -R<sup>4</sup> - (NR<sup>5</sup> CH<sub>2</sub> CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub> - NR<sup>6</sup> R<sup>7</sup> (R<sup>4</sup> は炭素数  $1 \sim 4$  の 2 価の炭化水素基、R<sup>5</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup> はそれぞれ 20 水素原子又は炭素数  $1 \sim 18$  の非置換又は置換の 1 価炭化水素基、n は  $0 \leq m \leq 4$  の整数である。)で表されるアミノアルキル基であり、R<sup>2</sup> は炭素数  $1 \sim 18$  の非置換又は置換の 1 価炭化水素基、R<sup>3</sup> は -0R<sup>6</sup> (R<sup>6</sup> は水素原子又は炭素数  $1 \sim 6$  の 1 価炭化水素基)で表される水酸基又はアルコキシ基、a、b、c はそれぞれ0.0001  $\leq a \leq 1$ 、1.8  $\leq b \leq 2.2$ 、 $0 \leq c \leq 0.1$  で 1.8 < a + b + c < 2.3 を満たす数である。〕

【請求項4】 非イオン性界面活性剤及び請求項1~3 の何れか1項記載の衣料洗濯用すすぎ助剤を含有する、 非イオン性界面活性剤を主界面活性剤とする衣料用洗剤 組成物。

【請求項5】 非イオン性界面活性剤に対して、衣料洗濯用すすぎ助剤を重量比で 0.001~0.2 含有する請求項 4 記載の衣料用洗剤組成物。

【請求項6】 陰イオン性界面活性剤の割合が全界面活性剤中20重量%以下である請求項4又は5記載の衣料用洗剤組成物。

【請求項7】 非イオン性界面活性剤を10~90重量%配合する請求項4~6の何れか1項記載の衣料用洗剤組成 40物

【請求項8】 非イオン性界面活性剤が、アルキル基の 平均炭素数6~22、及びエチレンオキサイド平均付加モ ル数3~20のポリオキシエチレンアルキルエーテルであ る請求項4~7の何れか1項記載の衣料用洗剤組成物。

【請求項9】 洗剤組成物の形態が粉末又は粒状である 請求項4~8の何れか1項記載の衣料用洗剤組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は衣料用粉末洗剤に配合す 50 を見出し本発明を完成するに至った。

るのに適した衣料洗濯用すすぎ助剤、及びそれを含有する衣料用洗剤組成物に関する。

[0002]

【従来の技術】ヨーロッパ各国では衣料等の洗濯にドラム型洗濯機が主に用いられている。ドラム型洗濯機を使用する場合、泡は洗濯効率を下げるので洗濯に用いられる洗剤には一般に消泡剤が配合されている。

【0003】一方、日本では従来パルセーター型洗濯機が主流であり、泡は洗濯効率上特に問題にならず、むし 10 ろ適度な泡を生成する洗剤の方が洗濯習慣上家庭の主婦に好まれていた。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、近年全自動洗濯機の普及に伴う洗濯時の泡に対する意識の変化や、洗濯時に泡が生成するとフタから泡があふれたり、また泡が多いとすすぎ時間が長くかかったりする等の理由から泡生成を抑制した洗剤が要望されている。

【0005】洗濯時に生成する泡を抑制する消泡剤としては特開平3-186307号公報、特開平4-311800号公報に示されているようにポリジメチルシロキサンがよく知られている。ポリジメチルシロキサンは一般的な衣料用洗剤に配合した場合、洗濯時の泡を消す効果は認められているが、洗濯後の排水、脱水過程で洗濯機外に排出され、すすぎ工程では消泡効果を発現することができないので、結果としてすすぎ中に残留した界面活性剤がすすぎ工程中で再度泡立つため、すすぎ時の泡切れに関して不十分であった。また、すすぎ時の濁りの除去も不充分であった。

【0006】アミノ変性シリコーンに関しては、希釈安定性、消泡持続性に優れ、染色ムラを生じない染色用消泡剤として使用し、これを配合した泡抑制組成物が特開平5-261206号、特開平5-285306号に開示されているが、泡切れ以外の作用、特に衣料洗濯時のすすぎ液の消泡性についての記載は一切無く、ましてや該アミノ変性シリコーンを使用する上での好ましい洗浄剤組成物に関する記載は示されていない。また、特開平2-4223号、特開平4-4224号にはアミノ変性シリコーンを配合する液体洗剤が開示されているが、これらは起泡性やフェルト収縮防止に関するものであり、すすぎ工程での消泡効果に関しては全く言及されていない。

【0007】これら問題点のため、すすぎ工程で消泡効果を発揮するようなすすぎ助剤が要求されている。

[0008]

.30

【0009】即ち本発明は、下記(a) 成分及び(b) 成分 を (b)/(a) 重量比で0.01~0.5 の割合で使用する衣料 洗濯用すすぎ助剤、及びこれを含有する洗剤組成物を提 供するものである。

- (a) アミン当量が 500~50,000g/モル、25℃における 粘度が10~100,000cSt(センチストークス)であるアミ ノアルキル変性シリコーンオイル
- (b) BET法による比表面積が 100m² / g以上である 無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体。

【0010】本発明に使用される(a) 成分であるアミノ アルキル変性シリコーンオイルは一般式(1) で示される ものである。

 $R^{1} * R^{2} * R^{3} * SiO(4-*-*-*)/2$  • • • (1)

〔ただし、式中R1は -R4-(NR5CH2CH2) ...-NR6R7 (R4は炭 · 素数1~4の2価の炭化水素基、R⁵、R⁵、R′はそれぞれ 水素原子又は炭素数1~18の非置換又は置換の1価炭化 水素基、m は0≦m≦4の整数である。)で表されるア ミノアルキル基であり、R2 は炭素数 1~18の非置換又は 置換の1価炭化水素基、R3は-0R8 (R8は水素原子又は炭 素数1~6の1価炭化水素基)で表される水酸基又はア 20 ルコキシ基、a、b、c はそれぞれ0.0001≦a ≦1、1.  $0.8 \le b \le 2.2$ ,  $0 \le c \le 0.1$  0.8 < a+b+c < 2.3: を満たす数である。〕。

\* 【0011】上記(1)式において、置換基R<sup>1</sup>は -R⁴-(NR<sup>5</sup> ※ CH₂ CH₂ )₂-NR<sup>6</sup> R<sup>7</sup> である。ここで、R<sup>4</sup> はメチレン基、エチ レン基、プロピレン基、プチレン基等の炭素数1~4の 2 価炭化水素基である。R<sup>6</sup>、R<sup>6</sup>、R<sup>7</sup> はそれぞれ水素原子 又は例えばメチル基、エチル基、プロピル基、プチル 基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル 基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、テトラデシル 基、ヘキサデシル基、オクタデシル基等のアルキル基、 ビニル基、アリル基等のアルケニル基、フェニル基、ト リル基等のアリール基、シクロヘキシル基等のシクロア ルキル基、これらの基の炭素原子に結合している水素原 子の一部又は全部をハロゲン原子、シアノ基等で置換し たクロロメチル基、3-クロロプロピル基、3,3,3-ト リフルオロプロピル基、シアノエチル基等のハロゲン置 換、シアノ基置換炭化水素基であるが、R5、R6、R7の全 基中の90モル%以上が水素原子であることが好ましい。 なお、mは0≤m ≤4の整数である。

【0012】また、R2は、例えばメチル基、エチル基、 プロピル基、プチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプ チル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル 基、テトラデシル基、ヘキサデシル基、オクタデシル基 等のアルキル基、ビニル基、アリル基等のアルケニル 基、フェニル基、トリル基、等のアリール基、シクロへ キシル基等のシクロアルキル基、これらの基の炭素原子 に結合している水素原子の一部又は全部をハロゲン原 子、シアノ基等で置換したクロロメチル基、3-クロロ プロピル基、3,3,3 -トリフルオロプロピル基、シアノ 50 ン、シラザン化合物と混合し、熱処理する乾式処理法、

エチル基等のハロゲン置換、シアノ基置換炭化水素基な どから選ばれる同種又は異種の炭素数1~18の非置換又 は置換の1価炭化水素基であるが、R2基全体の90モル% 以上がメチル基であることが好ましい。

【0013】上記式(1) 中のR3は、-OR8で表される水酸 基又はアルコキシ基が挙げられる。この場合、R®は水素 原子又は炭素数1~6の1価炭化水素基であり、1価炭 化水素基としては例えばメチル基、エチル基、プロピル 基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基等が挙げられる 10 が、特にメチル基あるいはエチル基が好ましい。

 $[0\ 0\ 1\ 4]\ a\ b\ c\ d$  $8 \le b \le 2.2$ ,  $0 \le c \le 0.1$  (71.8 < a + b + c < 2.3)を満たす数であるが、特に消泡性の面から0.001 ≤a ≤  $0.5, 1.9 \le b \le 2.1, 0 \le c \le 0.05$  0.05 0.05<2.2 であることが望ましい。

【0015】なお、上記式(1) のアミノアルキル変性シ リコーンオイルは、直鎖状のものが好ましいが、分枝状 のものでもよい。また、このアミノアルキル変性シリコ ーンオイルのアミン当量は、それが 500g/モル未満で あったり、50,000g/モルを越えるとすすぎ工程での消 泡効果が乏しいものとなるため、500 ~50,000g/モル の範囲とすることが必要とされるが、好ましくは 1,000 ~10,000g/モルの範囲である。

【0016】また、上記式(1) のアミノアルキル変性シ リコーンオイルは、分散のし易さ、作業性の面から粘度 ができるだけ低いものが好適であることと、消泡持続性 の面からは粘度が高いほうがよいということを考慮し、 25℃における粘度が10~100,000cStであることが必要と されるが、これは粘度が10cSt に満たないと組成物が安 定性に乏しくなり、100,000cStを超えると得られた組成 物を使用する際の作業性に難点が生じるためである。好 ましくは 100~20,000cStの範囲である。

【0017】また、ここに使用される無機シリカ及び/ 又は無機シリカ誘導体は公知のものでよく、湿式シリ カ、乾式シリカのいずれでもよいことから、これには沈 降シリカ、シリカキセロゲル、ヒュームドシリカ、さら にはその表面を有機シリル基で処理したものなどが示さ れ、具体的にはアエロジル(日本アエロジル(株)製商 品名〕、ニップシール〔日本シリカ(株)製商品名〕、 キャポシル〔米国キャポット社製商品名〕、サントセル

〔米国モンサントケミカル社製商品名〕などが挙げられ るが、これらはBET法による比表面積が 100m²/g 以上のものである。比表面積が100 m² /g未満のもの は、アミノアルキル変性シリコーンの吸着が不充分であ り消泡効果が劣るため好ましくない。

【0018】このようなシリカ及び/又はその誘導体 は、目的とする衣料洗濯用すすぎ助剤組成物の希釈安定 性及びすすぎ性向上のためには疎水化したものとするこ とがよく、この疎水化処理方法はこのシリカを有機シラ

あるいは上記したアミノアルキル変性シリコーンオイル と上記シリカ及び有機シラン、シラザン化合物を混合熱 処理する湿式処理法のいずれかで処理すればよい。

【0019】なお、このときに使用する有機シラン、シラザン化合物としては、トリメチルクロロシラン、ジメチルジクロロシラン、メチルトリクロロシラン、ジメチルフェニルクロロシラン、メチルフェニルジクロロシラン、ジフェニルジクロロシラン、フェニルトリクロロシラン、ジメチルジメトキシシラン、メチルトリエトキ 10シラン、メチルフェニルジメトキシシラン、メチルフェニルジエトキシシラン、ジフェニルジオトキシシラン、ブフェニルジエトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ヘキサメチルジシラザンなどが例示される。

【0020】上記した本発明の衣料洗濯用すすぎ助剤を構成する(a) 成分であるアミノアルキル変性シリコーンオイルと(b) 成分である無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体の配合比は、(b)/(a) 重量比で0.01~0.5であることが必要とされるが、これは配合比が0.01未満で20は消泡性能に劣る場合があり、0.5を超えると組成物の粘度が増加して水分散性および作業性が悪くなるためであり、特に0.02~0.2の範囲とすることが好ましい。

【0021】また、上記した衣料洗濯用すすぎ助剤は、 (a) 成分であるアミノアルキル変性シリコーンオイルと (b) 成分である無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体 の所定量を混合し、室温あるいは必要に応じて50~200 ℃の温度で1~3時間熱処理し、場合により低沸点留分 を除くことによって製造することができる。なお、この 熱処理時にその消泡持続性、希釈安定性などの向上のた 30 めに、公知のごとく無機質アンモニウム塩、有機珪素化 合物、シロキサン樹脂などを添加することは任意とされ る (特公平4-42043 号、特開平5-261206号、特開平 5-261207号各公報参照)。なお、従来より衣料洗濯用 で用いられているポリジメチルシロキサンを添加、併用 するとアミノアルキル変性シリコーンのすすぎ時の効果 に影響を与えるため、別途配合する場合はアミノアルキ ル変性シリコーンに対して重量比で0.1 以下が好まし 61

【0022】アミノアルキル変性シリコーンオイル及び 40 無機シリカ及び/又は無機シリカ誘導体を含有する本発明のすすぎ助剤は、一般に造粒あるいは被覆処理して顆粒とし、洗剤成分と直接接触しないような形態にしてから洗剤中に配合される。

【0023】すすぎ助剤は、一般的には硫酸ソーダ、炭酸ソーダ、炭酸カリウム、ケイ酸ソーダ、ケイ酸カリウム、トリポリリン酸ソーダ等の洗剤ビルダー物質を担体とし、これにすすぎ助剤の成分を吸着させ、パインダーの存在下混合して得た造粒物として使用され得る。さらに、すすぎ助剤を吸着させる担体としてカルボキシメチ 50

ルセルロース、澱粉又は化工澱粉、デキストリン他の澱粉誘導体、粘土、クエン酸ナトリウム、酢酸ナトリウム、硫酸ナトリウム等を1種又は2種以上を混合して用いてもよい。

6

【0024】更に、造粒物の溶解性を向上させるために、アルキル硫酸エステル、アルキルベンゼンスルホン酸塩などの陰イオン界面活性剤やポリオキシエチレンアルキルエーテルなどの非イオン界面活性剤等を用いてもよい。又、粉末物性を改善する為に融点が40℃以上のポリエチレングリコールなどのポリマーや芒硝などの水溶性無機化合物を配合できる。もちろん、性能に影響を与えない香料や着色剤を配合してもよい。造粒物の製造については、特開平3-186307号を参考にすることができる。

【0025】上記の如き本発明のすすぎ助剤は、特に非イオン性界面活性剤を主界面活性剤とする衣料用洗剤組成物に用いられる。

【0026】衣料用洗剤組成物に配合される非イオン界 面括性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテ ル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポ リオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリエチ レングリコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンポ リオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチ レンヒマシ油、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グ リセリン脂肪酸エステル、高級脂肪酸アルカノールアミ ド、アルキルグルコシド、アルキルアミンオキサイド等 が挙げられる。このうち、特に非イオン界面活性剤とし て、炭素数6~22の直鎖又は分岐鎖の1級又は2級アル コールのエチレンオキサイド付加物であって、平均付加 モル数3~20のポリオキシエチレンアルキルエーテルを 使用するのが望ましい。より好ましくは炭素数12~14の 直鎖又は分岐鎖の1級又は2級のアルコールのエチレン オキサイド付加物であって、平均付加モル数6~10のポ リオキシエチレンアルキルエーテルを使用するのが望ま

[0027] 衣料用洗剤組成物に配合される衣料洗濯用すすぎ助剤の量は、(a) 成分と(b)成分の合計が非イオン界面活性剤に対して重量比で0.001~0.2 であり、好ましくは0.001~0.1 である。この重量比が0.001 未満の場合は十分なすすぎ効果が得られず、0.2 より多い場合は泡立たず洗剤としての機能に支障をきたす。

【0028】本発明の洗剤組成物は、上記のように、非イオン界面活性剤を主界面活性剤とするものが最も効果的であり、陰イオン界面活性剤は含まないか、又は全界面活性剤中20重量%以下で含有してもよい。陰イオン界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩、アルキル又はアルケニル硫酸塩、αーオレフィンスルホン酸塩、αースルホ脂肪酸塩又はエステル塩、アルキル又はアルケニルエーテルカルポン酸塩、アミノ酸型界面活性剤、Nーア

シルアミノ酸型界面活性剤、アルキル又はアルケニル燐 酸エステル又はその塩等が例示され、好ましくはアルキ ルベンゼンスルホン酸塩、アルキル又はアルケニルエー テル硫酸塩、アルキル又はアルケニル硫酸塩等である。 ここで対イオンとなる塩には、カリウム、ナトリウム、 アミン等が用いられるが好ましくは、ナトリウムであ る。また、陰イオン界面活性剤が20重量%を越えるとア ミノアルキル変性シリコーンと相互作用を起こすため、 すすぎ性の機能に支障をきたす。その他陽イオン界面活 性剤を併用してもかまわない。

【0029】本発明の洗剤組成物には、下記成分を従来 知られている一般的な量で配合できる。成分としては、 キレート剤、アルカリ剤、分散剤等が含まれ、例えば非 結晶性の珪酸塩、炭酸塩、セスキ炭酸塩などのアルカリ 剤、芒硝などの増量剤、結晶性アルミノ珪酸塩(ゼオラ イト)、非結晶性のアルミノ珪酸塩、オルト燐酸塩、ピ ロリン酸塩、トリポリリン酸塩、ニトリロ三酢酸塩、エ チレンジアミン四酢酸塩、クエン酸塩、イソクエン酸塩 などのキレート剤等が挙げられる。また、通常、例えば ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボ 20 性界面活性剤を主界面活性剤とする洗剤組成物を得る。 キシメチルセルロース、ポリアクリル酸塩などの分散剤 。「(再汚染防止剤)、その他に、プロテアーゼ、エステラ \*・ーゼ、リパーゼ、セルラーゼ等の酵素、ケーキング防止 剤、過酸化物の安定化剤、酸化防止剤、蛍光染料、青味 々付け剤、香料などの少量添加成分を配合することもでき

【0030】本発明の衣料洗濯用すすぎ助剤及びそれを 含有する洗剤組成物は、粉末又は粒状の形態で用いられ る。

【0031】非イオン界面活性剤を主基剤とする洗剤組 成物の製造法は、特に限定されるものではないが、例え ば、特開平5-209200号公報に示されているように、下 記の①~③の工程からなり、嵩密度が 0.6~1.2 g/ml である洗剤粒子を得る方法が挙げられる。

8

工程(1): 非イオン界面活性剤を主基剤とする洗剤原料を 混合する工程。

工程②:得られた混合物、攪拌羽根を備えた攪拌軸を内 10 部の中心に有し、攪拌羽根が回転する際に攪拌羽根と器 壁との間にクリアランスを形成する攪拌型混合機で攪拌 混合することにより、攪拌型混合機の壁に洗剤原料の付 着層を形成させ、攪拌羽根により洗剤原料の嵩密度を高 めつつ造粒する工程。

工程③:工程②で得られた造粒物と微粉体とを混合し、 造粒物の表面を該微粉体で被覆する工程。

上記①~③の工程で得られた洗剤粒子と別造粒により得 られたすすぎ助剤を先に述べたような配合割合で混合し て、本発明の衣料洗濯用すすぎ助剤を含有する非イオン

[0 0 3 2]

【実施例】以下、実施例にて本発明を説明するが、本発 明はこれらの実施例に限定されるものではない。なお、 例中の部、%はそれぞれ重量基準である。

【0033】〈実施例1〉本実施例で用いたすすぎ助剤 の組成を表1に示す。

[0034]

【表1】

		(a) アミノアルキル変性シリコーン									(h)	(b)/(a)			
1		一般式(1)中の構造 アミン当量 粘 度											(b) 無機 シリカ		
		L		R1			R²	2 R <sup>3</sup>		ь		(g/mol)	粘 度 [25℃] (cSt)	292	重量比
L		R4	R³	R <sup>6</sup>	R'	m	, a	(R <sup>8</sup> )	a		С	(B\mo1)	(651)		
	1	C <sub>a</sub> H <sub>o</sub>	H	Н	Н	1	CH <sub>3</sub>	Н	0. 039	1. 96	0. 048	1,000	100	A	0.11
本	2	CaH <sub>6</sub>	-	н	Н	0	CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	0. 038	1. 96	0. 020	2,000	200	A	0.11
発	3	CH <sub>2</sub>	H	н	Н	1	CH <sub>3</sub>	С₂Нь	0.014	1. 99	0. 016	3, 000	300	A	0.11
75	4	C₃H₅	H	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	1	CH <sub>3</sub>	-	0.004	2. 01	0	10,000	250	A	0.11
明	5	C₃H₄	H	Н	Н	1	C₹₃	C₄H₃	0. 021	1. 98	0. 005	2, 000	20, 000	A	0. 11
品	6	C <sub>5</sub> H <sub>6</sub>	H	Н	Н	1	CH,	CHs	0. 013	1.99	0. 034	3,000	100	В	0. 11
122	7	CH <sub>2</sub>	H	Н	Н	1	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0. 014	1. 99	0, 016	3,000	300	В	0.05
	8	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	H	Н	В	3	CH3	_	0.004	2. 01	0	5,000	800	В	0. 18
	9			ポ	リジメ	チル	シロキサンを使用					_	300	В	0. 11
比	10	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	Н	Н	Н	1	CH <sub>3</sub>	_	0. 118	1.91	0	360	、 300	A	0.11
較	11	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	_	Н	H	0	CH₃	CH <sub>3</sub>	0. 001	2. 00	0. 012	60, 000	300	A	0.11
**	12	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	Н	Н	H	3	CH <sub>3</sub>	Н	0.006	1. 99	0. 002	3,000	120, 000	Α	0. 11
品	13	CH <sub>2</sub>	Н	Н	Н	1	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0.014	1.99	0. 016	3, 000	300	_	0
	14	CH <sub>2</sub>	Н	Н	Н	1	СН	C₂H₅	0. 014	1. 99	0. 016	3, 000	300	В	0. 55

【0035】\*(b) 無機シリカの種類

A:未処理シリカ(BET比表面積=300m2/g)

B:有機シリル基処理シリカ (BET比表面積=200m² /g)。

【0036】(1) すすぎ助剤造粒物の調製

すすぎ助剤、デキストリン、ポリエチレングリコール及 び中性無水芒硝を下記組成にて70℃~80℃で混合後、不 二パウダル株式会社製押出し造粒機(型式EXKS-1)によ り造粒して造粒物を得た。

#### <成分組成>

・すすぎ助剤

20%

・デキストリン

40%

・ポリエチレングリコール 25%

(PEG-6000 融点 58℃)

・中性無水芒硝

15%

この造粒物を16、32メッシュの篩にて分級し造粒物の粒\*

\*径を調整した。

・平均粒径 ··· 800 μm

·粒径1000 µ m以上 … 5%

·粒径 250μm以下 … 5%

尚、造粒時の造粒性を以下の基準で評価した。

◎···収率95%以上(500~1000µm)

○…収率85%以上95%未満

×…収率85%未満。

【0037】(2) すすぎ助剤造粒物の溶解性評価法

10

10 すすぎ助剤造粒物の溶解性評価は、500mlのピーカーに 10℃の水 300回を入れ、スターラーで回転する程度で攪 拌しながら 300mgの造粒物を添加し、溶解するまでの時 間を測定した。これらの結果を表2に示す。

[0038]

【表2】

すすぎ助剤	本 発 明 品								比較品						
造粒物Ma	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	
造粒性	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	×	×	×	0	
溶解時間 (分)	1	1	2	1	2	1	1	1	7	7	5	1	6	8	

【0039】〈実施例2〉嵩密度が 0.7g/cm3 の下記※ ※組成の洗剤を調製した。

#### **<粉末洗剤組成>**

・ポリオキシエチレンアルキルエーテル

20%

(アルキル基の平均炭素数12, エチレンオキサイド平均付加モル数6)

・ゼオライト

25%

・炭酸ソーダ

25%

不定型アルミノケイ酸ソーダ

15%

・硫酸ソーダ

10% 5%

上記で得られた粉末洗剤と、前記実施例1で調製したす すぎ助剤造粒物を用いて下記の方法により、洗濯時の泡 立ち(高さ)、すすぎ性を評価した。

· 水

【0040】(1) 泡立ちの評価

粉末洗剤の中にすすぎ助剤組成物を表3に示す量添加 測定した。

<洗濯条件>

洗濯機 … 東芝 銀河 2.2kg

水 量 … 30リットル

洗剤量 … 25g

衣 料 … 1kg (綿シャツ 600g、T/Cワイシャツ 400g、3日間着用したものを使用)。

【0041】(2) すすぎ性の評価

上記方法で洗濯後、下記条件ですすぎを行い、すすぎ 1, 2, 3回後のすすぎ性を次の基準に従い評価した。

<すすぎ条件>

注水量 … 20リットル/min

し、下記洗濯条件で洗濯をし、洗濯7分後の泡の高さを 40 すすぎ時間 … 1回(3分後), 2回(6分後), 3 回 (9分後)

くすすぎ性の評価基準>

A … 液面に泡が残っていない。

B … 液面に泡が1/2程度残っている。

C … 液面全体に泡が残っている。

[0042]

【表3】

11

				本発明品									比較品						
すすき助剤 造粒物		L+m	No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14		
		DAN D	添加量* (部)	1	1	1	1	ı	2	2	2	1	1	1	1	1	1		
評	評 泡の高さ (cm)			3	3	4	2	3	3	4	4	2	2	3	3	3	4		
価	す	\$	すすぎ1回目		В	В	С	В	В	Α	Α	С	С	С	С	С	С		
結	すぎ性	\$ 9	すすぎ2回目		В	В	В	Α	Α	Α	Α	С	С	С	С	С	С		
果	195	वे व	き3回目	Α	Α	Α	Α	Α	Α	Α	Α	В	С	С	С	С	С		

注)\*洗剤組成物 100重量部に対する量

フロントページの続き

٠٠٠ ي

(72) 発明者 妻鳥 正樹 和歌山県和歌山市雑賀崎 6 - 23 (72)発明者 板垣 明成

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料 技術研究所内

(72)発明者 桑田 敏

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社シリコーン電子材料 技術研究所内